

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-202240

(43)Date of publication of application : 16.11.1984

(51)Int.Cl.

C08K 5/52

C09K 3/28

(21)Application number : 58-078092

(71)Applicant : DAIHACHI KAGAKU KOGYOSHO:KK

(22)Date of filing : 02.05.1983

(72)Inventor : TANAKA YOSHINORI
KIHARA TAKESHI

(54) FLAME-RETARDANT THERMOPLASTIC RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the titled compsn. which is highly flame retardant and excellent in low volatility at a high temp., antistatic properties and resistance to heat and bleed, by blending a specified polyphosphate ester with a thermoplastic resin.

CONSTITUTION: One mol of phosphorus oxychloride, 0.48W0.875mol of a dihydric phenol of the formula HOAr1OH (wherein Ar1 is an arom. residue) and 1.25W 2.10mol of a monohydric phenol of the formula Ar2OH (wherein Ar2 is an arom. residue) are reacted together to obtain a polyphosphate ester which has an acid value of 15 or below, comprising a mixture of n-mers (where n is 1W15 and represents the number of phosphorus atoms per molecule) of polyphosphate esters containing not more than 40wt% component of n=1. 5W30wt% said ester is blended with a thermoplastic resin such as polyphenylene ether, polyester, polyamide, polycarbonate or polyolefin.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

520571

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)
 ⑬ 公開特許公報 (A)

① 特許出願公開

昭59—202240

⑤ Int. Cl.³
 C 08 K 5/52
 C 09 K 3/28

識別記号
 C A E
 1 0 3

庁内整理番号
 6681—4J
 7229—4H

③ 公開 昭和59年(1984)11月16日

発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 8 頁)

⑤ 難燃性熱可塑性樹脂組成物

② 特 願 昭58—78092

② 出 願 昭58(1983)5月2日

② 発 明 者 田中良典

羽曳野市古市2丁目2番13号

② 発 明 者 木原剛

堺市南野田352の4番地

② 出 願 人 株式会社大八化学工業所

東大阪市長堂3丁目54番地

② 代 理 人 弁理士 水田一孝

明 細 書

1 発明の名称

難燃性熱可塑性樹脂組成物

2 特許請求の範囲

1 オキソ塩化銅と HOAr_1OH で表わされる2個のフェノール類及び Ar_2OH で表わされる1個のフェノール類との反応によつて得られるポリリン酸エステルにして該ポリリン酸エステルのn量体のn (nは1以上の整数で、分子中のリン原子の個数を表わす) が1～15の整数の混合物であり、n=1の成分を40重量%以下含有し、かつ酸価が15以下のポリリン酸エステルを主成分として5～30重量%含有してなる難燃性熱可塑性樹脂組成物。

ここに Ar_1 、 Ar_2 は夫々同一又は相異なる芳香族基を示す。

2 ポリリン酸エステルが直鎖状と枝わかれ状との構造式をもつた混合ポリリン酸エステルである特許請求の範囲第1項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

3 2個のフェノール類がハイドロキノロン、レゾルシノール、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS、これらの窒素化合物、又はこれらの臭素化合物の群から選ばれた化合物の一種以上であり、1個のフェノール類がフェノール、クレゾール、キシレノール、イソプロピルフェノール、ブチルフェノール又はこれらの窒素化合物又はこれらの臭素化合物の群から選ばれた一種以上である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

4 熱可塑性樹脂がポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリアミド系樹脂、ポリカーボネート系樹脂又はポリオレフィン系樹脂である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の難燃性熱可塑性樹脂組成物。

3 発明の詳細な説明

本発明は直鎖状及び枝わかれ状構造を持つたポリリン酸エステルのn量体 (n=1～15) の混合された、酸価が15以下の特殊なポリリン酸エス

テルを難燃剤として含有する難燃性熱可塑性樹脂組成物に因し、特に高度の難燃性と、高温下において、低煙発性、耐熱性、耐ブリード性、帯電性等との性質を兼ね備え、しかもその製造法が経済的に有利な難燃性熱可塑性樹脂組成物を提供することを目的とし、家庭用品から工業用品に至るまで、例えば機械機縁部品、電気部品、電子部品、自動車部品、合成繊維などに多く使用されるものである。

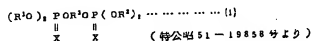
従来難燃剤として使用されている有機燐化合物、例えばトリフェニルホスフェート、クレジリジフェニルホスフェート、トリクレジリホスフェート、イソプロピルフェニルジフェニルホスフェート等はあるが、熱可塑性樹脂の耐熱性及び物性の低下、高温条件下における有機燐化合物の揮発、しみ出し等の欠点があつた。

上記の欠点を解決する方法としてすでに分子量大なる有機燐化合物が熱可塑性樹脂の難燃剤として注目されている。

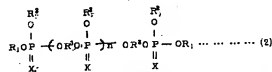
これに因しては、例えば特公昭51-19858号、

特公昭51-39271号、特開昭49-2850号、特開昭53-118957号、特開昭57-207641号、特開昭57-207642号等の発明がある。

これらの発明に代表される化合物は直鎖状のポリ磷酸エステルでその構造式の代表的なものとして、



(式中、 R^1, R^2 は同一又は異なる1個の芳香族基、 R^3 は2個の芳香族基、 X は酸素又は硫黄を示す。)



(特公昭51-39271号より)

(式中 R^1, R^2 は1個の芳香族基又は脂肪族基、 R^3 は2個の芳香族基、 X は酸素又は硫黄、 n は正数)

を挙げることができる。

である。

(1) 末端が完全にエステル化されている。

上記(1)及び(2)化合物は難燃性元素の磷酸としてジアリールホスホロ(チオ)クロリデート、アルキル又はアリールホスホリルクロライド、ジアルキル又はジアリールホスホリルクロライド等を使用しているが、その製造法、収率の点からして高価であり、経済的に不利である。

一方、経済的に有利な難燃性元素源としてオキシ塩化炭素がある。このオキシ塩化炭素とハイドロキノンの如き2価フェノール類とを反応させると得られるポリ磷酸エステルは3次元構造となるため樹脂化して不溶不融のものとなり、実用に供し得ないのである。

本発明者等は熱可塑性樹脂に添加される難燃剤について、熱硬化性樹脂の難燃剤として既に特公昭54-32818号公報に記載のあるオキシ塩化炭素と $HOAr_1OH$ で表される二価フェノール類及び Ar_2OH で表わされる1価フェノール類との反応によつて得られるポリ磷酸エステルのうち、

(1) の化合物はアリレンジオールとジアリールホスファオ(チオ)クロリデートを無溶媒或いは有機溶媒中で反応させることにより比較的容易に且つ高収率で得られる。

また(2)の化合物は有機溶媒中或いは無溶媒で所定モル数のアリレンジオールとアルキル又はアリールホスホリルジクロライドとを混合してエステル化を行ない、反応終了後、ジアルキル又はジアリールホスホリルクロライド或いはアルコール又はフェノールを加えて生成物の両端をエステル化することによつて比較的容易に且つ高収率で得られるのである。

上記(1)及び(2)の化合物の製法の特徴は次の3点である。

(1) 難燃性元素の磷酸としてジアリールホスホロ(チオ)クロリデート、アルキル又はアリールホスホリルジクロライド、ジアルキル又はジアリールホスホリルクロライドを使用している。

(2) 反応して得られた生成物が直鎖状の化合物

該ポリ(ア)酸エステルは \$n\$ 量体の \$n\$ (\$n\$ は 1 以上の整数で、分子中の炭素原子の個数を表わす。)が 1~15 の数値の産物であり、\$n=1\$ の成分を 40 重量%以下含有し、かつ酸価が 15 以下のポリ(ア)酸エステルが熱可塑性樹脂に対して有効な阻燃剤であることを見出し、本発明を完成するに至つたものである。

本発明の熱可塑性樹脂組成物は上記ポリ(ア)酸エステルを主成分として 5~30 重量%含有してなるものである。

ここに \$Ar_1\$、\$Ar_2\$ は夫々同一又は相異なる芳香族基である。

更にまた先願の特公昭 54-32818 号発明は上記のようにして得られたポリ(ア)酸エステルの \$n\$ 量体が有する \$n+2\$ 個の末端基が \$-Ar_1-OH\$ 及び / 又は \$-Ar_2\$ であることを必要要件としている。

即ち、末端が \$-Ar_1-OH\$ の場合は熱硬化性樹脂の反応型阻燃剤として使用されるが、本発明では 2 個フェノールの残基 \$-Ar_1-OH\$ は不要であり、むしろ炭素基は熱可塑性樹脂の着色の原因とな

り好ましくない。又末端が \$-Ar_2\$ の場合添加型阻燃剤として使用されるが、本発明は次に説明するごとく末端に一部炭素基 $\text{C}(\text{O})-\text{OH}$ を残す

ことを特徴としている。

本発明の \$n=1\$ の成分が 40 重量%を超えると耐熱性、高温下での阻燃性が悪くなり、本発明の目的を達成することができない。

また本発明に使用のポリ(ア)酸エステルの酸価が 15 を超過すると高温における成形時、樹脂が劣化するし、酸価が 1 未満の場合は帯電防止性が低下する。

従つて特に帯電防止性を期待しない場合はポリ(ア)酸エステルの酸価は 1 未満でも良く、樹脂の阻燃性付与には差支えない。

本発明における 3 個のフェノール類としてはハイドロキノン、レゾルシン、ビスフェノール A、ビスフェノール F、ビスフェノールスルホン、これらの炭素化合物又はこれらの臭素化合物等であり、それらの 1 種以上が使用される。

また 1 個のフェノール類としてはフェノール、クレゾール、キシレノール、イソプロピルフェノール、プチルフェノール、これらの炭素化合物又はこれらの臭素化合物等であり、それらの 1 種以上が使用される。

本発明の熱可塑性樹脂としてはポリ(ア)エニレンエーテル系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリ(ア)ミド系樹脂、ポリ(スチレン)系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、ポリオレフィン系樹脂等である。

ポリ(ア)エニレンエーテル樹脂とは、式



(式中、各 A は水素原子、アルキル基、^{アルコキシ}ハロアルキル基、またはハロアルコキシ基であり、各々の炭素数は 1~4 個である。)で示されるフェノール類を酸化カップリングして得られる重合体である。特に好ましいのはポリ(2,6-ジメチル-1,4-エニレン)エーテルである。

ポリ(ア)エニレンエーテル系樹脂とは上記ポリ(ア)エニレンエーテル樹脂と他の樹脂、例えばポリスチレン、スチレン共重合体、ポリカーボネート、ポリスルホン、ナイロン、ポリオレフィン又はゴム質重合体等との配合物、又はポリ(ア)エニレンエーテル樹脂の存在下で他のモノマー、例えばスチレン、エチレン、プロピレン、ブタジエン等を重合させて得られるグラフト共重合体、またはポリスチレン、スチレン共重合体、ポリカーボネート、ナイロン、ポリオレフィンおよびゴム質重合体等の存在下で上記の式で示されるフェノール類を酸化カップリングして得られた共重合体等である。

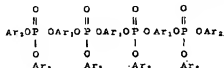
上記の配合物、グラフト共重合体又は共重合体等に於けるポリ(ア)エニレンエーテル樹脂と他の樹脂との割合の重量比は任意に行なうことが出来る。

またポリエステル系樹脂とはポリエチレンテレフタレートとその共重合体及びポリブチレンテレフタレートである。ポリエチレンテレフタレート

の共重合体とはテレフタル酸やエチレングリコールのほかにイソフタル酸、1,2-プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール等を10〜30重量共重合したポリエチレングリコールを主体としたポリエステルである。

ポリアミド樹脂とは、ナイロン-6、ナイロン-6,6である。更にポリスチレン系樹脂とは一般用(G.R.)ポリスチレンと耐衝撃性(HI=high impact)ポリスチレンとである。HIポリスチレンは(G.R.)ポリスチレンに合成ゴム SBR、BR等を5〜20重量配合したもので、G.R.ポリスチレンのもろさを改良したものである。

次に本発明に使用されるポリ磷酸エステルの構造式については、 $n=4$ の場合次式の2化合物が与えられる。 $n=4$ 、直鎖の場合、



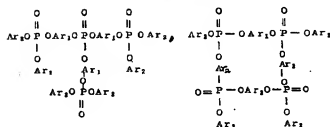
れていたが本発明者等の研究の結果、酸価が15以下好ましくは1〜7式磷酸基を存在せしめることによつて樹脂を劣化せしめないのみならず、むしろ樹脂に帯電防止性を与える効果があることが判明したのである。言うまでもなく樹脂の帯電防止性は特に電気機器のように高い精度を要求される機器の材料として重要な性質である。

次に本発明に使用されるポリ磷酸エステルは従前のポリリン酸エステルの製造法、その1〜その6に示すように例えばオキシ塩化亜鉛1モルに対して2価フェノール類(HOAr_2OH)を0.48〜0.875モル反応せしめ、ついで1.25〜2.10モルの1価フェノール類(Ar_2OH)を反応せしめて得られるが、最終目的物のポリ磷酸エステルの酸価は1価フェノール類の仕込み量によつて調整される。

即ち末端の一部にハスハロクロリデート基

$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ >\text{NCE} \end{array}$ を脱し熱湯による加水分解を行ない所望の磷酸酸性を持つたポリ磷酸エステルを得

$n=4$ 、枝わかれ構造の場合



(H)

(I)

即ち、オキシ塩化リンを使用した場合、 $n=4$ のポリ磷酸エステルは直鎖状と枝わかれ状との構造式を持つた混合物である。

同様に $n=5$ 以上のポリ磷酸エステルについても直鎖状と枝わかれ状との構造式を持つた混合物を与えるのである。

本発明の特徴の一つは本発明に使用のポリ磷酸エステルの末端の一部が磷酸基

$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ >\text{POH} \end{array}$ になっていることである。

従来から磷酸基は樹脂の劣化の原因と考えら

れる。

次に本発明に使用されるポリ磷酸エステルの製造法の例を示すが勿論本発明はこれらの製造例のみに限定されるものではない。

更に本発明は必要に応じて本発明に使用のポリ磷酸エステルのほかに他の添加剤例えば酸化防止剤、光安定剤、顔料、染料、可塑剤、その他の阻燃剤、補強剤、充填剤、増量剤等を添加することができる。

本発明に使用のポリ磷酸エステルの製造法。

その1

慣性棒、コンデンサー、滴下ロート及び滴定針付フラスコに

原料	オキシ塩化リン	307g (2モル)
	フェノール	188g (2モル)
	ハイドロキノン	110g (1モル)
	触媒 (AsCl_3)	8g

を同時に仕込み窒素気流中150℃まで加熱して2時間反応させ、ついで滴下ロートよりクレゾール210g (1.94モル)を滴下し、160〜170℃で

4 時間反応させた。

反応混合物を熱湯で加水分解した後、触媒及びフェノール類の除去等の精製工程を経て570gのポリ磷酸エステルを得た。この製品をポリ磷酸エステルIとする。

ポリ磷酸エステルIの品質：黄色液体、平均分子量=884、 $\%P=9.99$ 、酸価=3.5、 $n=1$ のフェノールとクレゾールとの混合ホスファートの含量は31.5%であつた。

その2

原料	オキシ塩化磷	460g (3モル)
	ハイドロキノ	220g (2モル)
	フェノール	460g (4.55)
	触媒 Al_2O_3	9g

参考例1と同様に反応を行なつて、730gのポリ磷酸エステルを得た。この製品をポリ磷酸エステルIIとする。

ポリ磷酸エステルIIの品質：黄色液体、平均分子量=781、 $\%P=10.9$ 、酸価=4、 $n=1$ の

その4

原料	オキシ塩化磷	307g (2モル)
	テトラプロモビスフェノールA	544g (1モル)
	フェノール	188g (2モル)
	イソプロピルフェノール	269g (1.98)
	触媒	6g

参考例1と同様に反応を行なつた。975gのポリ磷酸エステルが得られた。

この製品をポリ磷酸エステルIIとする。

ポリ磷酸エステルIIの品質：高粘潤な黄褐色液体、平均分子量=1016、 $\%Br=27.8$ 、 $\%P=5.45$ 、酸価=5.3、 $n=1$ のフェニルイソプロピルフェニルの混合ホスファートの含量は31%であつた。

その5

原料	オキシ塩化磷	307g (2モル)
	ビスフェノールA	228g (1モル)
	フェノール	188g (2モル)
	クレゾール	214g (1.98モル)
	触媒 Al_2O_3	6g

トリフェニルホスファートの含量は20.1%であつた。

その3

原料	オキシ塩化磷	460g (3モル)
	レゾルシン	110g (1モル)
	フェノール	648g (6.9モル)
	触媒 Al_2O_3	9g

前記その1と同様の装置をつけたフラスコに所定のオキシ塩化磷とレゾルシン及びフェノール1モルを同時に仕込み150℃まで反応させ、次いで残部フェノール(6モル)を反応させた。反応混合物を水洗後、高真空下で $n=1$ のトリフェニルホスファートを留去し、515gのポリ磷酸エステルを得た。この製品をポリ磷酸エステルIIIとする。

回収トリフェニルホスファートは300gであつた。

ポリ磷酸エステルIIIの品質：黄色液体、平均分子量=540、 $\%P=10.6$ 、酸価=2.2、

$n=1$ のトリフェニルホスファートの含量は8%であつた。

その1と同様の反応を行ない、631gのポリ磷酸エステルを得た。

この製品をポリ磷酸エステルVとする。

ポリ磷酸エステルVの品質：黄色液体、平均分子量=706、 $\%P=8.4$ 、酸価=3.8、 $n=1$ のフェノール、クレゾールの混合ホスファートは25%であつた。

その6

原料	オキシ塩化磷	307g (2モル)
	ハイドロキノ	110g (1モル)
	フェノール	188g (2モル)
	トリプロモフェノール	662g (2モル)
	触媒 Al_2O_3	6g

その1と同様に反応を行つて994gのポリ磷酸エステルを得た。

この製品をポリ磷酸エステルIIとする。

ポリ磷酸エステルIIの品質：黄褐色固溶体、平均分子量=1015、 $\%P=3.98$ 、 $\%Br=44.4$ 、酸価4.8、 $n=1$ のフェノールとトリプロモフェ

ノールとの混合ホスファートの含量は23%であつた。

上記ポリ磷酸エステルⅠと同Ⅲとの示差熱天秤による加熱試量を測定した結果を第1図に示した。この場合の温度上昇速度は15℃/分であつた。

第1図中(1)はポリ磷酸エステル(Ⅰ)、(2)はトリフェニルホスファート、(3)はポリ磷酸エステルⅢの加熱試量曲線である。

次に上記ポリ磷酸エステルⅠ～Ⅲを使用した本発明の熱可塑性樹脂の難燃化の実施例を示すが本発明は実施例のみに限定されるものではない。

実施例 1

使用原料

ポリ(2,6-ジメチル-1,4-フェニレン)エーテル	60 部
ゴム質性 HX ポリスチレン	40 部
トリニデシルホスファート	0.5 部
酸化亜鉛	0.3 部
難燃剤 ポリ磷酸エステルⅠ	12 部

第1表 ポリフェニレン系樹脂のテスト結果

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
難燃性	14秒	12秒	13秒	20秒
熱変形温度	115℃	114℃	113℃	104℃
表面の状態	ブリードなし	ブリードなし	ブリードなし	ブリードなし
帯電防止性	○	○	○	×

ここに

難燃性：UL-94の試験法に準じた。各々5

個の試験片に按じたし後のフレーミ

ング(flaming)時間の平均値を示す。

熱変形温度：JISX 6714に準じた。

表面の状態：成形品のブリードの有無を観察する。

帯電防止性：下記に試験法に準じた。

○— 帯電防止性良好

△— 帯電防止性やや良

×— 帯電防止性良くない。

である。

部は重量部、以下同様

上記使用原料をミキサーで混合し、200℃にセプトされた射出成型機にて試験片を成形した。

実施例 2

難燃剤としてポリ磷酸エステルⅡを18部使用したほかは実施例1と同一成分、同一重量部を使用して同様に試験片を成形した。

実施例 3

難燃剤としてポリ磷酸エステルⅢを18部使用したほかは実施例1と同一成分、同等重量部を使用して同様に試験片を成形した。

比較例 1

比較の目的で難燃剤としてトリフェニルホスファート(酸価0.05)を18部使用したほかは実施例1と同一成分、同一重量部を使用して同様に成形した。

第1表にテスト結果を示す。

実施例 4

使用原料

ポリエチレンテレフタレート(融点 254℃)	100 部
難燃剤ポリ磷酸エステルⅠ	1.8 部
安定剤、トリノルホスファート	0.3 部

上記使用原料をミキサーで混合し、常法により紡糸した。(紡糸温度：280～310℃)得られた繊維にニードルパンチングを施してフェルト状物を作つた。

実施例 5

難燃剤としてポリ磷酸エステルⅡを18部使用したほかは実施例4と同一成分、同一重量部を使用して同様に紡糸した。次に得られた繊維にニードルパンチングを施してフェルト状物を作つた。

実施例 6

難燃剤としてポリ磷酸エステルⅢを18部使用したほかは実施例4と同一成分、同一重量部を使用して同様に紡糸した。

次に得られた繊維にニードルパンチングを施してフェルト状物を作った。

比較例 2

離熱剤としてトリフェニルホスファートを18部使用したほかは実施例4と同一成分、同一重量部を使用して同様に紡糸した。次に同様フェルト状物を得た。紡糸時のトリフェニルホスファートの飛散が認められた。

比較例 3

離熱剤としてテトラブロモビスフェノールAを18部使用したほかは比較例2と同様にした。

第2表に実施例4～6、比較例2及び比較例3のテスト結果を示す。

第2表 ポリエステル繊維のテスト結果

	実施例4	実施例5	実施例6	比較例2	比較例3
離熱性	25.0	25.5	25.5	25.0	
耐候性	○	○	○	○	×
表面の狀態	ブリードなし	ブリードなし	ブリードなし	ブリードあり	ブリードあり
帯電防止性	○	○	○	△	△

ポリ磷酸エステルⅡ

20部

実施例7と同様に射出成型機にて試験片を成形した。

比較例 4

使用原料

ナイロン6粉末 100部
トリフェニルホスファート 20部

実施例7と同様に射出成型機にて試験片を成形した。

第3表に実施例7～9及び比較例4のテスト結果を示す。

第3表 ナイロンのテスト結果

	実施例7	実施例8	実施例9	比較例4
離熱性	Ⅶ-I合格	Ⅶ-I合格	Ⅶ-I合格	Ⅶ-I合格
表面の狀態	ブリードなし	ブリードなし	ブリードなし	ブリードあり
帯電防止性	○	○	○	△
金型のやけ	○	○	○	×

ここに

離熱性 : UL-94のテストに準じた。

ここに

離熱性 : 炭素指数 JISD 1201

耐候性 : フェードメーター 100時間照射後の布の黄変の程度で評価した。

- 殆んど黄変しない
- △ わずかに黄変する
- × 黄変～褐色

である。

実施例 7

使用原料

ナイロン6の粉末 100部
ポリ磷酸エステルⅡ 20部

上記使用原料をミキサーで混合し、270℃にセットされた射出成型機にて試験片を成形した。

実施例 8

離熱剤としてポリ磷酸エステルⅡ20部を使用したが、実施例7と同様に試験片を成形した。

実施例 9

使用原料

ナイロン66の粉末 100部

金型のやけ : 離熱剤が成形中に融解樹脂の表面に浸出し、浸出した離熱剤が高温の金型上で分解して焦げる現象を「金型のやけ」という。この様な場合、金型を洗浄するためにはしばしば作業を停止する必要がある。

- 金型のやけなし
- × 金型のやけあり

である。

実施例 10

使用原料

OPポリスチレン 100部
デカブロモジフェニルエーテル 15部
三酸化アンチモン 5部
ポリ磷酸エステルⅠ 5部

上記原料をミキサーで混合し、180℃に加熱した射出成型機で試験片を成形した。

実施例 11

阻燃剤としてポリ磷酸エステルⅠの代りにポリ磷酸エステルⅢを5部使用した場合は実施例10と同一成分、同一重量部を使用して同様に試験片を成形した。

比較例 5

使用原料

OP ポリスチレン	100 部
デカブロモジフェニルエーテル	15 部
トリフェニルホスフェート	5 部
三酸化アンチモン	5 部

実施例10と同様に試験片を作成した。

テスト結果を第4表に示した。

第4表 ポリスチレンのテスト結果

	実施例10	実施例11	比較例5
難燃性	Ⅰ-1合格	Ⅰ-1合格	Ⅰ-1合格
炭化の状況	ブリードなし	ブリードなし	ブリード少しあり
荷電防止性	○	○	×
金型やけ	○	○	○

第1図及び第1、第2、第3、第4表に示したごとく、本発明に使用のポリ磷酸エステルは熱可塑性樹脂に難燃性を付与するばかりでなく、従来の阻燃剤に比較して揮発性、耐熱性、耐水性、移行性、荷電防止性、金型のやけ等に関して優れた阻燃剤であることがわかる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は示差熱天秤によるポリ磷酸エステル(Ⅰ)、同軸及びトリフェニルホスフェートの加熱減量(%)と温度(℃)との関係を示す図である。

1. ポリ磷酸エステルⅠの温度による加熱減量曲線
2. トリフェニルホスフェートの温度による加熱減量曲線
3. ポリ磷酸エステルⅢの温度による加熱減量曲線

特許出願人 株式会社大八化学工業所

代理人 弁理士水田一孝

第1図

